تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100*

احمد رحیمی[۱] شمس‌الدین میردامادی[۲] سید حسین رضوی[۳] سید مهدی عباسی[٤]

چکیده

هدف از تحقیق حاضر بررسی اثر عملیات حرارتی شامل عملیات انحلالی و پیرسازی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100 شامل اندازه، کسر حجمی و مورفولوژی فاز γ' اولیه و انواع کاربیدها می‌باشد. بدین منظور عملیات حرارتی با سیکل‌های انحلالی متفاوت و پیرسازی ثابت روی نمونه‌های شمش ریختگی این سوپرآلیاژ انجام گرفت و ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و نوری بررسی شد. نتایج نشان داد نمونه‌ای که سیکل عملیات انحلالی کامل در ۲ ساعت و ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد را قبل از انحلال جزئی در ٤ ساعت و ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد و پیرسازی در ۱۰ ساعت و ۹۰۰ درجه سانتیگراد طی کرده است، ریزساختار مناسبی از نظر مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه γ' را دارا می‌باشد. در این نمونه مورفولوژی فاز رسوبی γ' اولیه به حالت مناسب مکعبی رسیده و همچنین درصد حجمی این فاز حدود ٤٥ درصد است که در مقایسه با دیگر نمونه‌ها افزایش قابل توجهی دارد. کاربیدهای مرزدانه‌ای در طی این سیکل به صورت منقطع تشکیل و کاربیدهای MC مورفولوژی مناسب کروی را بدست می‌آورند. همچنین، نتایج نشان داد در بین دماهای مختلفی که در این تحقیق برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ' اولیه را به همراه دارد.

واژگان کلیدی سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100، عملیات حرارتی انحلالی، γ' اولیه، کاربیدها، دمای انحلال.

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy

A. Rahimi Sh. Mirdamadi S.H. Razavi S.M. Abbasi

Abstract

The purpose of this study was to investigate the effect of heat treatment including solution treatment and aging on the microstructure of cast nickel-based IN100 superalloy including size, volume fraction and morphology of primary γ' and different kinds of carbides. For this purpose, different solution heat treatment cycles and a constant aging cycle were implemented on cast ingot samples and the microstructure of the samples were analyzed by scanning electron microscopy and optical microscopy. It was found that, the alloy in the full + partial+ aging treated condition had the optimal combination of γ' morphology, volume fraction and size. In this condition, the alloy possesses a cubic primary γ' with 45% volume fraction which is a significant increase as compared to other cycles. Discrete $M_{23}C_6$ carbides were formed at the grain boundaries and the morphology of the cubic MC carbide was changed to the spherical shape.

Keywords Ni-based IN100superalloy; Solutioning Treatment; Primaryγ′; Carbides; Solution Temperature

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۱/۳ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/۵/۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران. ahmadrahimi1367@gmail.com

(۲) استاد دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(٤) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

DOI:10.22067/ma.v27i2.29225

مقدمه

آلیاژ IN100 یکی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل است که به دلیل استحکام دما بالا و استحکام گسیختگی مطلوب در نازل‌ها، تیغه‌ها، پره‌های توربین‌های جت هوایی و ساخت قالب‌های آهنگری در دمای بالا استفاده می‌شود. این سوپرآلیاژ به صوررت ریخته‌گری تولید شده و دارای قابلیت پیرسازی می باشد [1-3].

ریزساختار این سوپرآلیاژ متشکل از چندین فاز از جمله: زمینه آستنیتی γ، رسوب‌های همدوس (کوهرنت) و منظم γ′(Ni_3(Ti,Al)) اولیه (با اندازه رسوبات در حدود ٤٥٠ نانومتر)، ثانویه (با اندازه رسوبات ۱۵–۳۰ نانومتر) و ثالثیه (با اندازه رسوب کمتر از ۱۵ نانومتر) و کاربیدهای مختلف می‌باشد [4]. کسر حجمی فاز رسوبی γ′ در این سوپرآلیاژ نسبت به سوپرآلیاژهای ریختگی دیگر با استحکام متوسط، بالاتر است. با افزایش کسرحجمی فاز γ′ دمای انحلال آن افزایش یافته و این موضوع باعث خواهد شد که آلیاژ استحکام خود را در دماهای بالاتری حفظ نماید [5]. کاربیدها شامل کاربیدهای اولیه MC که شامل عناصر Ti و Mo است، کاربیدهای M_6C که غنی از Ni، Co، Mo و Cr و کاربیدهای $M_{23}C_6$ که غنی از عنصر Cr است، می‌باشد. کاربیدهای MC از مذاب و یا در دماهای بالا پس از انجماد تشکیل می‌شوند. این کاربیدها بلوکی شکل یا کشیده در داخل مرزدانه ظاهر می‌شوند و یا به صورت مجزا و غیرهمگن در تمامی فاز زمینه و اغلب در بین شاخه‌های دندریتی و مرزدانه‌ها وجود دارند [6]. به علت تطابق کم با زمینه آلیاژ و شکل بلوکی، کاربیدهای MC به عنوان محل جوانه‌زنی ترک در موضع تمرکز تنش، نظیر نوک دندریت‌ها عمل می‌کنند. کاربیدهای M_6C و $M_{23}C_6$ بیشتر تمایل دارند که در مرزدانه‌ها رسوب کنند که این موضوع سبب افزایش استحکام دما بالای سوپرآلیاژها خواهد شد چرا که این رسوبات با مورفولوژی و اندازه مناسب مانع لغزش مرزدانه‌ها خواهد شد [1]. ریزساختار این آلیاژ وابستگی شدیدی به تاریخچه ریخته‌گری و عملیات حرارتی دارد و می‌توان با انتخاب یک تاریخچه ریخته‌گری و سیکل عملیات حرارتی مناسب به بهترین ریزساختار و به طبع آن به خواص مکانیکی مطلوب دست یافت. مطالعات نشان می‌دهد [7] افزایش کسر حجمی ذرات γ′ از طریق فرآیند عملیات حرارتی امکان‌پذیر است و این فرآیند در صورتی ثمربخش خواهد بود که در طول مراحل مختلف آن که شامل مرحله انحلال و پیرسازی است، تغییرات مورد نظر در ساختار نمونه خام ایجاد شده باشد. همچنین انجام عملیات حرارتی مناسب می‌تواند منجر به بهبود مورفولوژی کاربیدهای ریختگی MC شده و همچنین شرایط رسوب را برای کاربیدهای مرز دانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C در ریزساختار فرآهم آورد. از جمله مهمترین سیکل‌های عملیات حرارتی که توجه زیادی را به خود جلب نموده است، عملیات انحلال کامل قبل از عملیات انحلال جزئی و پیرسازی است. بنابراین، بررسی تغییرات ریزساختاری در عملیات حرارتی‌های که شامل انحلال کامل، انحلال جزیی و پیرسازی می‌باشد، می‌تواند به کنترل ریزساختار و در نتیجه حصول خواص مکانیکی مناسب قطعه مورد نظر کمک کند. تاکنون تلاش‌های زیادی [8-10] به منظور اصلاح ریزساختار سوپرآلیاژها که منجر به بهبود عملکرد آن‌ها می‌شود، صورت گرفته است ولی با وجود سابقه تولید و کاربرد گسترده سوپرآلیاژ IN100، بدلیل اینکه این سوپرآلیاژ بیشتر در حالت ریختگی استفاده می‌شود، تحقیقات محدودی درباره تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار آن گزارش شده است. از این رو هدف مطالعه حاضر انجام سیکل‌های عملیات حرارتی مشخص بر شمش ریختگی این سوپرآلیاژ و بررسی تغییرات ریزساختاری شامل تغییر مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی فازهای مختلف در طی این سیکل‌ها می‌باشد.

مواد و روش تحقیق

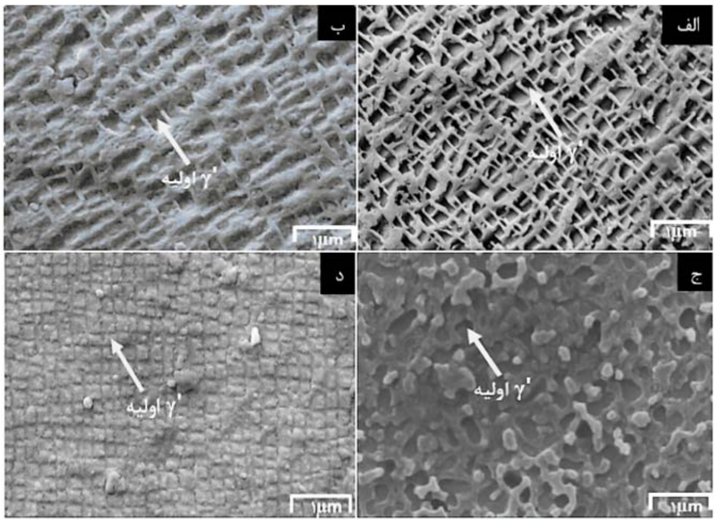
برای تهیه الکترود اولیه سوپرآلیاژ IN100 ازکوره ذوب القایی تحت خلا (VIM) استفاده شد و مواد شارژ با توجه به درصد مورد نیاز عناصر آلیاژی در شمش و درصد خلوص مواد اولیه، انتخاب گردید. پس از رسیدن کوره به خلا $^{-۳}$۱۰ میلی‌بار شارژ اولیه درون بوته ذوب شد. پس از نگهداری مذاب به مدت ۳ دقیقه در دمای ۱٤٥۰ درجه سانتیگراد، عناصر فعال که اکسیداسیون بالایی دارند به مذاب اضافه شده و پس از ۱ دقیقه، مذاب درون قالب فلزی استوانه‌ای شکل به قطر ٥۰ میلیمتر و ارتفاع ٦۰۰ میلیمتر ریخته‌گری گردید. برای کاهش عناصر ناخالصی‌ها مانند گوگرد که حذف آنها در کوره VIM امکانپذیر نیست و کم کردن عیوب ریخته‌گری همانند مک و آخال که ممکن است در طی انجماد مرحله قبل ایجاد گردد، شمش تهیه شده در کوره VIM به عنوان الکترود در کوره ESR قرار گرفته و تحت سرباره‌ی محافظ $60\%CaF_2-20\%Al_2O_3-20\%CaO$ درون قالب مسی آبگرد استوانه‌ای به قطر ۷۰ میلیمتر و ارتفاع ٥۰۰ میلیمتر ذوب گردید. شمش حاصل از ESR برای دستیابی به ساختاری عاری از جدایش و حذف عناصر مضری همچون نیتروژن و اکسیژن و ناخالصی‌های با فشار بخار بالا در کوره VAR تصفیه مجدد شد. ابعاد شمش نهایی که تصفیه ESR+VAR را طی کرد؛ استوانه‌ای به قطر ۱۰۰ میلیمتر و ارتفاع ۹۰ میلیمتر بود. ترکیب شیمیایی شمش به وسیله دستگاه کوانتومتری Spark Emission Spectrometer با خطای ±۰/۱ درصد وزنی تعیین و در جدول (۱) ارائه شده است.

نمونه‌های عملیات حرارتی به ابعاد ۲۰x۲۰x۲۰ میلیمتر انتخاب شدند و تحت سیکل‌های عملیات حرارتی مطابق با جدول (۲) قرار گرفتند. همچنین، جهت مقایسه و درک تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار، نمونه ریختگی نیز مورد بررسی ریزساختاری قرار گرفت. دمای انحلال فاز γ' بر اساس مراجع و تحقیقات گوناگونی که بر این آلیاژ و آلیاژهای مشابه گزارش گردیده [4]، حدود ۱۲۰۸درجه سانتیگراد می‌باشد. همچنین، سیکل عملیات حرارتی پیرسازی نیز بدلیل اینکه بیشترین تاثیر را بر ریزساختار به خصوص بر انواع فاز γ' دارد، برای تمام سیکل‌ها انتخاب شد.

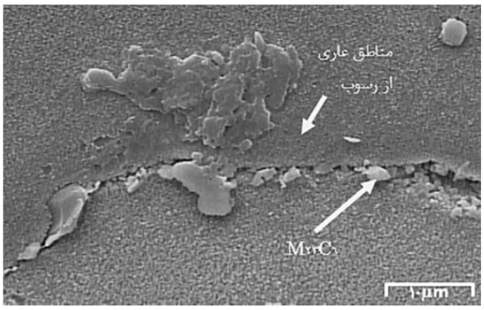
پس از هر مرحله عملیات حرارتی نمونه‌ها در هوا سرد شده و مرحله بعدی عملیات حرارتی بر آنها انجام گرفت. نمونه‌های متالوگرافی به ابعاد ۱٥×۱٥×۱٥ میلیمتر از نمونه‌ی اولیه برش داده شد و مطابق با استانداردASTM E3-01، آماده‌سازی و ریزساختار آنها توسط محلول اچ ۱۰ گرم سولفید مس، ٥۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک و ٥۰ میلی‌لیتر آب آشکار شد. بررسی ریزساختاری آنها توسط میکروسکوپ نوری Olampya و میکروسکوپ الکترونی روبشیTESCAN مدل XMU با ولتاژ کاری ۱٥ کیلوولت و مجهز به دتکتور EDS انجام گرفت. اندازه دانه مطابق با استاندارد ASTM-E112-01 و اندازه و کسر حجمی فازها مطابق با استاندارد ASTM-E562-01 توسط نرم‌افزار Image Analyser محاسبه شد. برای تشخیص فازها نیز از آنالیز EDS استفاده شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ IN100 پس از VAR (درصد وزنی)

S	V	C	Mo	Co	Cr	Ti	Al	Ni
۰/۰۰۸	۱/۰۲	۰/۱۸	۳/۰۱	۱٥/۰۷	۹/۸۲	٤/٤۱	٥/۲۳	مابقی



شکل۱ مورفولوژی فاز γ' اولیه الف) نمونه ریختگی؛ ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی



شکل۲ مناطق عاری از رسوب ناشی از عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی

جدول ۲ سیکل‌های عملیات حرارتی اعمالی روی سوپرآلیاژ مورد نظر

شماره	سیکل عملیات حرارتی	انحلال کامل (hr/°C)	انحلال جزئی (hr/°C)	پیرسازی (hr/°C)
۱	عملیات انحلال جزئی	–	٤/۱۰۸۰	۱۰ / ۹۰۰
۲	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۱۰	–	۱۰ / ۹۰۰
۳	عملیات انحلال کامل+ انحلال جزئی	۲ / ۱۲۱۰	٤/۱۰۸۰	۱۰ / ۹۰۰
٤	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۱٦۰	–	–
٥	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۱۸٥	–	–
٦	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۱۰	–	–
۷	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۳٥	–	–

نتایج و بحث

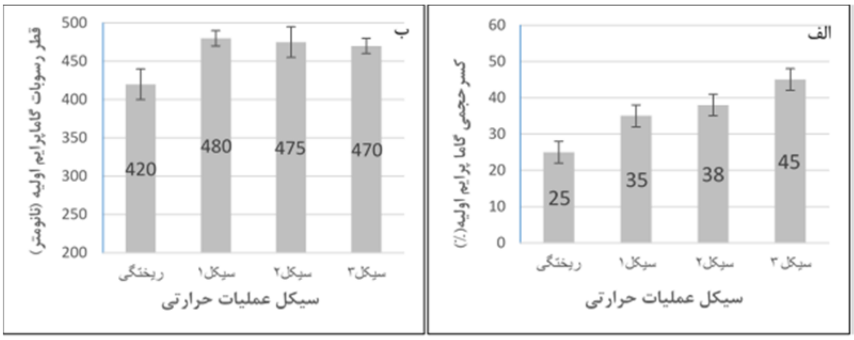
تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر رسوبات γ' اولیه.

در شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ الکترونی از رسوبات فاز γ' اولیه برای نمونه ریختگی و نمونه‌های عملیات حرارتی شده، نشان داده شده است. همانطور که در شکل (۱-الف) مشاهده می‌شود، مورفولوژی γ' های اولیه در نمونه ریختگی به صورت مکعبی نامنظم است. کسرحجمی این رسوبات در این حالت ۳±۲٥

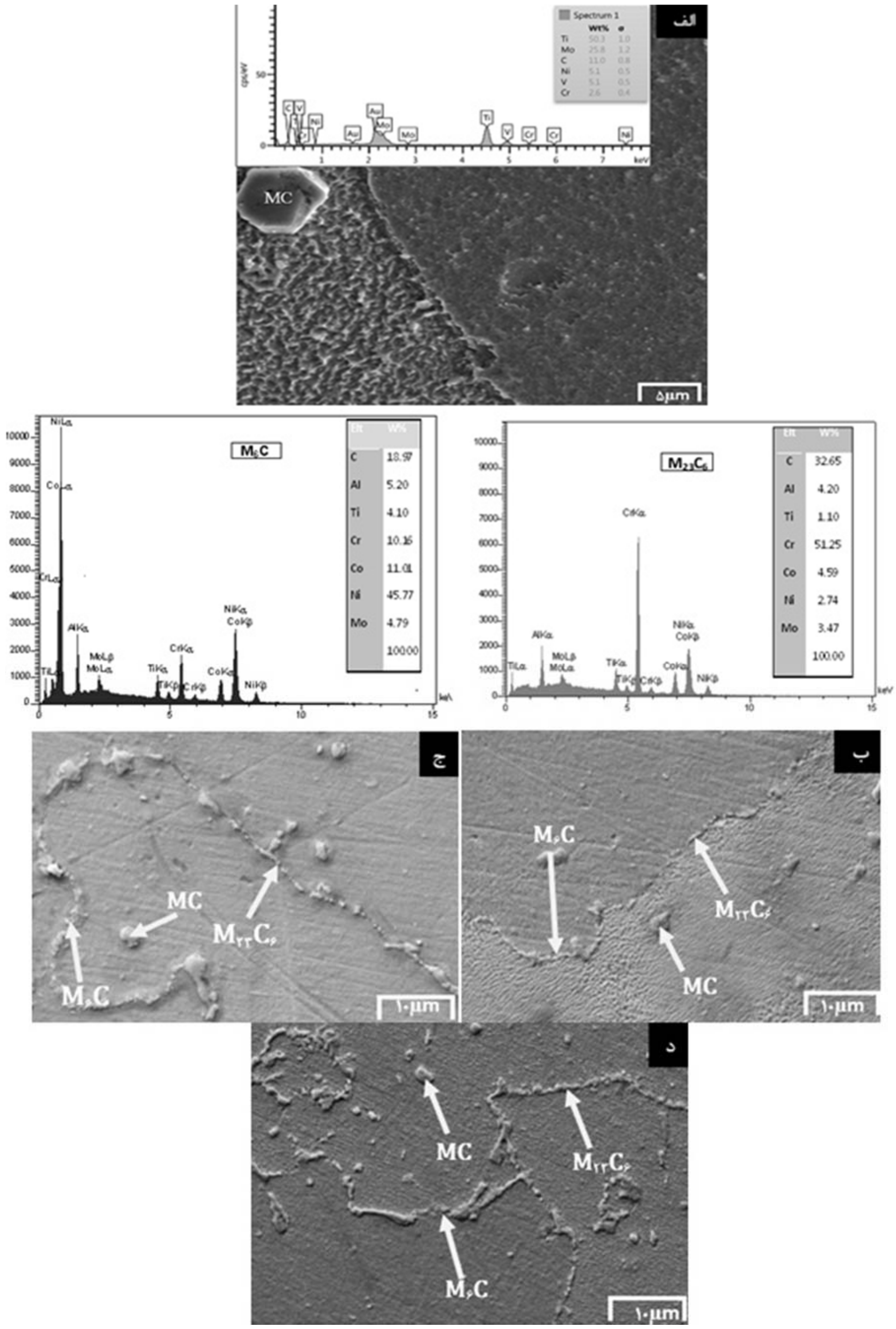
درصد و اندازه آنها 20±420 نانومتر است. شکل (۲) نمودار کسر حجمی (۲-الف) و اندازه قطر رسوبات (۲- ب) را در حالت ریختگی و عملیات حرارتی مختلف نشان می‌دهد. بدلیل انجماد غیرتعادلی، این فاز مورفولوژی و کسر حجمی مناسب ندارد. γ' اولیه در حین انجماد ایجاد شده و تحت تاثیر نحوه سرمایش از مذاب است. در سرمایش تعادلی بدلیل فرصت بیشتر برای نفوذ، کسر حجمی γ' افزایش و مورفولوژی این فاز به سمت مکعبی کامل که بهترین نوع مورفولوژی برای این فاز رسوبی در سوپرآلیاژها است، پیش می‌رود [11]. شکل (۲- ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل، نمونه قبل از پیرسازی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت انحلال جزئی شده است. اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه مکعبی به ترتیب برابر 10±460 نانومتر و ۳±۳۵ درصد است. با مقایسه این مقادیر با مقادیر حالت ریختگی می‌توان ملاحظه کرد که اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه، به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. با انجام این سیکل عملیات حرارتی مورفولوژی γ'های اولیه اندکی تغییر پیدا کرده و در مقایسه با حالت ریختگی منظم‌تر شده ولی به مورفولوژی مطلوب نرسیده است. دلیل نرسیدن کسر حجمی γ' های اولیه به حداکثر مقدار خود در طی این سیکل عملیات حرارتی، احتمالاً به عدم توانایی زمان و دمای این سیکل برای از بین بردن جدایش‌های ناشی از انجماد و توزیع یکنواخت عناصر در زمینه، مرتبط می‌باشد. بر اساس منابع [7]، سیکل عملیات انحلالی جزئی برای پایدارسازی و فراهم کردن شرایط برای ایجاد رسوب γ' اولیه با مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی مناسب در مرحله پیرسازی انجام می‌شود. درشت شدن ذرات γ' اولیه در این سیکل عملیات حرارتی، برطبق تئوری LSW(Lifshitz-Slyozov-Wagner) صورت می‌پذیرد ($r^3-r_0^3 = kt$). در این رابطه r نشان دهنده اندازه متوسط ذرات پس از عملیات پیرسازی، r_0 اندازه متوسط ذرات قبل از پیرسازی، t زمان پیرسازی و k نشان دهنده ثابت سرعت رشد می‌باشد. شکل (۲-ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی ۲ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل عملیات آنیل انحلالی به صورت انحلال کامل انجام گرفته است. همانطور که ملاحظه می‌شود γ'های مکعبی شکل اولیه، مورفولوژی مکعبی خود را از دست داده و شکل کروی به خود گرفته است. این γ'های کروی با اندازه متوسط 20±475 نانومتر و کسر حجمی ۳±۳۸ درصد در این نمونه توزیع شده‌اند. در طی سرد شدن از دماهای بالای انحلال فاز γ'، اندازه γ' اولیه افزایش یافته و به دلیل بزرگ شدن این ذرات و کاهش جدایش‌های ناشی از ریختگی در طی این سیکل عملیات حرارتی، کسر حجمی ذرات نسبت به سیکل‌های قبل افزایش یافته است. مورفولوژی مناسب برای رسوبات فاز γ' اولیه در طی این سیکل حاصل نشد ولی کسر حجمی این فاز افزایش قابل توجهی حدود ۱۳ درصد، نسبت به حالت ریختگی دارد. شکل (۳) تشکیل مناطق عاری از رسوب در کنار مرزدانه‌ها را پس از انجام این سیکل عملیات حرارتی نشان می‌دهد. در مراجع [12] ذکر شده است، تغییرات غلظت اتم‌های حل‌شونده درون این نواحی زیاد نیست و دلیل تشکیل این چنین مناطقی، عدم جوانه‌زنی فاز رسوبی در این نواحی است، زیرا برای جوانه‌زنی باید غلظت محل‌های خالی از اتم از یک فرا اشباع بحرانی بیشتر باشد و به جز این حالت، هسته‌گذاری انجام نمی‌شود. پهنای این ناحیه به وسیله غلظت محل‌های خالی از اتم تعیین می‌شود. از دیگر دلایل تشکیل این نواحی رسوب کاربیدهای $M_{23}C_6$ در مرزدانه‌ها می‌باشد. شکل (۱-د) مورفولوژی رسوبات γ' اولیه نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی٤ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل نمونه تحت هر دو فرآیند آنیل انحلال کامل و جزئی قرار گرفت. اندازه این رسوبات ۱۰±٤۷۰ نانومتر و کسر حجمی ۳±۴۵ درصد

می‌باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه در این حالت با حالت ریختگی می‌توان نتیجه گرفت که درصد حجمی حدود ۸۰ درصد و اندازه این رسوبات حدود ۵۰ نانومتر افزایش یافته است. همانطورکه مشاهده می‌شود مورفولوژی رسوبات γ' اولیه به صورت کاملا مکعبی منظم در آمده که این مورفولوژی بهترین ریزساختار موجود برای سوپرآلیاژ IN100 است؛ چراکه در سوپرآلیاژهای پایه نیکل عمده استحکام از طریق ذرات رسوبی γ' و بر هم‌کنش آنها با نابجایی‌ها حاصل خواهد شد [13]. بر مبنای این تئوری؛ مهمترین عامل در استحکام، مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه فاز رسوبی می‌باشد که هرچه مورفولوژی به سمت مکعبی شدن برود و درصد حجمی آن افزایش یابد، استحکام در دمای بالا بیشتر می‌شود [4]. دلیل مکعبی کامل و افزایش کسر حجمی این فاز نسبت به سایر نمونه‌ها می‌تواند به این صورت مطرح گردد که با انجام سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل، جدایش ناشی از ریختگی از بین رفته و در هنگام سیکل عملیات انحلال جزئی، پایدارسازی و ایجاد شرایط مناسب برای دستیابی به مورفولوژی و کسر حجمی مناسب γ' در عملیات پیرسازی حاصل می‌گردد.

تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر کاربیدها. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار کاربیدها در نمونه ریختگی و نمونه‌هایی که سیکل عملیات حرارتی جدول ۲ را طی کرده‌اند، در شکل(۴) ارائه شده است. شکل (۴-الف) مورفولوژی کاربیدMC را در نمونه ریختگی نشان می‌دهد. در آنالیز EDS این کاربید ملاحظه می‌شود این کاربید غنی از عناصری مانند Ti و Mo می‌باشد. در نمونه ریختگی کاربید MC تنها در داخل زمینه مشاهده می‌شود و در مرزدانه‌ها به دلیل انجماد سریع، فرصت برای تشکیل این رسوب وجود ندارد [13]. به دلیل اینکه کاربیدهای مرزدانه‌ای در طی عملیات حرارتی یا کارکرد قطعه به وجود می‌آید، بنابراین در نمونه ریختگی مشاهده نمی‌شوند. شکل (۴-ب) مورفولوژی کاربیدها و آنالیز EDS آنها را پس از طی سیکل ۱ جدول (۲) نشان می‌دهد. مورفولوژی و آنالیز EDS بیانگر این است که کاربیدها شامل کاربیدهایMC، $M_{23}C_6$ و M_6C می‌باشد. همانگونه که مشاهده می‌شود دمای آنیل انحلال جزئی در مورفولوژی کاربیدهای MC تغییر زیادی ایجاد نمی‌کند چون دما و زمان این سیکل (دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت) توانایی این کارکرد را ندارد. هدف از انحلال جزئی قبل از مرحله پیرسازی بر روی کاربیدها توسعه بیشتر کاربیدهای مرزدانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C به وسیله تجزیه بیشتر کاربید MC می-باشد [14].



شکل ۳ نمودار تغییرات الف)کسر حجمی و ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی



شکل ٤ مورفولوژی فاز کاربیدهای مختلف و آنالیز EDS الف) نمونه ریختگی؛ ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی

مطالعات [15] نشان می‌دهد کاربیدهای $M_{23}C_6$ در طی سیکل عملیات حرارتی تشکیل می‌شوند و بیشتر تمایل به حضور در آلیاژهای با Cr بالا همانند IN100 دارند. این کاربیدها بیشتر در طول سیکل‌های عملیات حرارتی

پیرسازی تشکیل می‌گردند. در حین عملیات حرارتی یا سرویس‌دهی این سوپرآلیاژ در محدوده دمایی ۷۶۰ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد کاربیدهای MC تجزیه شده و باعث ایجاد کربن می‌شوند. این کربن تجزیه شده (و گاهی کربن حل شده در زمینه) می‌توانند باعث ایجاد این نوع کاربید گردد. عنصر اصلی که جانشین M می‌شود کروم می‌باشد. کاربیدهای M_6C در طی عملیات حرارتی در آلیاژهای با میزان Mo نسبتاً بالا تشکیل می‌شوند. همچنین کاربیدهای M_6C در اثر تجزیه MC نیز تشکیل می‌شوند. عناصر Cr، Ni، Co و Mo می‌توانند جایگزین M در این نوع کاربید شوند. این کاربیدها در دمای بالاتری (۸۱۵ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد) نسبت به کاربیدهای $M_{23}C_6$ تشکیل می‌شود [15]. دلیل تشکیل این نوع کاربید می‌تواند به دما و زمان نسبتا بالا در سیکل عملیات حرارتی پیرسازی باز گردد. مکانیزم تشکیل این رسویات در روابط (۱ و ۲) مشاهده می‌شود [4].

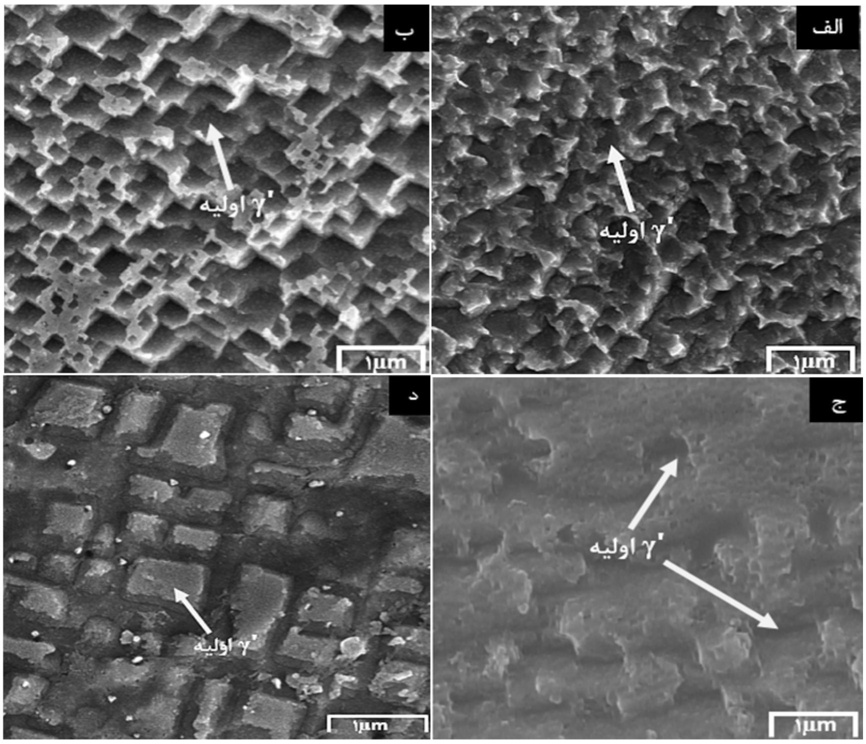
$$MC+\gamma = M_{23}C_6 \text{ or } M_6C + [\gamma'] \quad (1)$$

$$(Ti,Mo)C+(Ni,Cr,Al,Ti) \text{ From } \gamma = Cr_{21}Mo_2C_6 \text{ or} Mo_2(Ni,Co)_3C+Ni_3(Al,Ti) \quad (2)$$

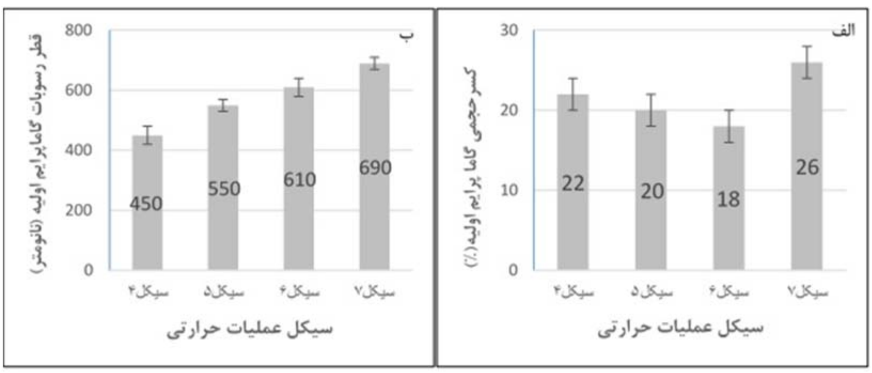
شکل (۴-ج) مورفولوژی کاربید MC را پس از طی سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی سیکل ۲ جدول (۲)، نشان می‌دهد. دمای بالای عملیات حرارتی انحلال کامل باعث حل شدن گسترده کاربیدها و فازهای سخت در زمینه می‌شود. کاربیدهای MC که این سیکل عملیات حرارتی را طی کرده‌اند، شکل کروی به خود خواهند گرفت که نسبت به حالت بلوکی شکلی که در ریزساختار ریختگی دارند، تمرکز تنش بسیار کمتری را در ریزساختار ایجاد می‌کنند. شکل (۴)-دمورفولوژی کاربیدها را پس از طی سیکل عملیات حرارتی ۴ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود همانند سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی، در این سیکل نیز مورفولوژی کاربیدهای MC در مقایسه با حالت ریختگی شکل (۶-الف)، مورفولوژی کروی را به دست آورده که مورفولوژی مناسب برای این نوع کاربید است. همچنین با انجام این سیکل عملیات حرارتی کاربیدهای مرزدانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C به صورت منقطع در ریزساختار بوجود می‌آیند. مکانیزم تشکیل این نوع کاربیدها مشابه با آنچه در نمونه انحلال جزیی همراه با پیرسازی توضیح داده شد، تجزیه کاربیدهای MC و غنی شدن نواحی اطراف مرز دانه‌ها از عناصر تشکیل دهنده کاربیدها و فاز رسوبی γ' می‌باشد [4].

تاثیر دمای انحلال بر رسوبات اولیه γ'. شکل (۵) مورفولوژی γ' های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دماهای مختلف نشان می‌دهد. شکل (۱-الف) مورفولوژی γ' های اولیه را پس از طی سیکل ۴ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت، γ' های اولیه شکل مکعبی ریزساختار ریختگی خود را از دست داده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. بر اساس منابع [4]، دمای انحلال فاز γ' در ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکلی IN100، حدود ۱۲۰۸ درجه سانتیگراد می‌باشد. با توجه به اینکه دمای ۱۱۶۰ درجه سانتیگراد کمتر از دمای انحلال کامل برای فاز رسوبی است، بنابراین این دما توانایی انحلال این فاز را نداشته و تنها بر مورفولوژی و اندازه این فاز اثرگذار است. با انجام این سیکل اندازه این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۳۰ نانومتر افزایش می یابد. تغییرات اندازه و کسر حجمی γ' های اولیه پس از عملیات در دماهای مختلف جدول (۲)، در شکل (۶) نمایش داده است.شکل (۵- ب) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل ۵ جدول ۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود در این سیکل، با افزایش دمای انحلالی بخش‌هایی از γ'های اولیه به طور جزیی حل شده ولی مورفولوژی آنها به صورت مکعبی باقی مانده است. در مرجع [23] برای

این دما که نزدیک به دمای انحلال کامل فاز γ' است؛ انحلال جزئی فاز γ' اولیه ذکر شده است. در این سیکل اندازه و کسر حجمی γ'های اولیه به ترتیب برابر با ۲۰±۵۵۰ نانومتر و ۲±۲۰ درصد می‌باشد. بنابراین، با مقایسه این سیکل با حالت ریختگی مشاهده می‌شود اندازه رسوبات در حدود ۱۳۰ نانومتر افزایش و درصد حجمی آنها حدود ۵٪ کاهش یافته است. مطالعات [16] نشان می‌دهد هنگامی که دمای انحلال پایین انتخاب شود خواص خستگی بهتری به دست می‌آید در حالی که دمای انحلال بالا، خواص خزشی و گسیختگی دما بالای بهتری را به همراه خواهد داشت. با این وجود باید به ایجاد توازن بین این خواص و خواص دیگری چون مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون، نیز در انتخاب روند عملیات حرارتی توجه کرد.



شکل ۵ مورفولوژی رسوبات اولیه γ' پس از عملیات انحلالی در دمای الف)۱۱۶۰؛ ب)۱۱۸۵؛ ج)۱۲۱۰؛ د)۱۲۳۵ درجه سانتیگراد



شکل ٦ نمودار تغییرات الف)کسر حجمی و ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی

شکل (۵-ج) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت سیکل ٦ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود γ'های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ٤٥٪ افزایش یافته است. با انجام این سیکل، اندازه و کسر حجمی γ' های اولیه به ترتیب برابر با ۳۰±٦۱۰ نانومتر و ۱۸±۲ درصد می باشد. با انجام این عملیات انتظار می‌رود که کل رسوب‌های γ' های مکعبی اولیه ریزساختار ریختگی در زمینه حل شوند ولی همانطور که در شکل (۵-ج) مشاهده می‌شود مقدار مشخصی از این رسوبات در ریزساختار حضور دارند. مطالعه‌ای که توسط صفری و ناطق [7] روی سوپرآلیاژ Rene80 انجام شده است نشان می‌دهد که مقدار γ'های مکعبی حل نشده در عملیات انحلالی در دمای حدود ۱۲۰٤ درجه سانتیگراد، در حدود ۲۵-۲۰ درصد می‌باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات اولیه با مقادیر مربوط به سیکل های انحلالی ۱۱٦۰و ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد مشاهده می‌شود با افزایش دمای انحلالی تا دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، اندازهγ'های اولیه افزایش و درصد حجمی آنها کاهش یافته است (شکل ٦). شکل (۵-د) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۳۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل۷ جدول ۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شودγ'های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ٦٤٪ افزایش یافته است. برخلاف سیکل‌های انحلالی ۱۱٦۰، ۱۱۸۵ و۱۲۱۰ درجه سانتیگراد که با افزایش دما درصد حجمی γ'های اولیه کاهش پیدا می‌کند در این حالت درصد حجمی رسوبات اولیه افزایش و به مقدار۲± ۲٦ درصد می‌رسد (شکل ٦). به نظر می‌رسد به دلیل دمای بالای عملیات انحلالی،اندازه رسوبات درشت γ' اولیه به میزان زیادی رشد کرده و پس از سرد شدن در هوا، باعث افزایش درصد حجمی این رسوبات شده است. مطالعات [17] نشان می دهدبه دلیل درشت شدن و ناپایداری این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی، خواص کششی دما محیط آلیاژ در این حالت نسبت به حالت ریختگی کاهش می‌یابد.

همانطور که ملاحظه شد ریزساختار مناسب برای سوپرآلیاژ IN100 زمانی حاصل شد که هر دو سیکل عملیات انحلال کامل و جزئی قبل از پیرسازی بر روی نمونه‌ها انجام شد. در این سیکل کسر حجمیγ'های اولیه به حدود ٤٥٪ رسیده است که در مقایسه با سایر سیکل‌های انحلالی و پیرسازی بیشترین مقدار می‌باشد. همچنین در این سیکل رسوبات اولیهγ' به شکل مکعبی منظم در ریزساختار توزیع می‌شوند. با انجام این سیکل کاربیدهای مرز دانه‌ای$M_{23}C_6$ و M_6C با مورفولوژی و اندازه مناسب در مرزدانه‌ها تشکیل شده و مورفولوژی کاربیدهای MC از نظر ایجاد تمرکز تنش بهبود یافته‌اند. همچنین در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ' اولیه را به همراه دارد.

نتیجه‌گیری

۱- انجام عملیات انحلال کامل در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت و سرد شدن در هوا به همراه عملیات انحلال جزیی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت و سرد شدن در هوا و سپس انجام عملیات پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت باعث خواهد شد که کسر حجمی γ'های اولیه در مقایسه با نمونه ریختگی در حدود ۸۰٪ افزایش یابد. در این سیکل اندازه γ'های اولیه تیز در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۵۰ نانومتر افزایش می‌یابد.

۲- انجام عملیات انحلال کامل به همراه انحلال جزیی قبل از عملیات پیرسازی باعث خواهد شد که رسوبات γ' اولیه به صورت مکعبی منظم در

ریزساختار ایجاد شوند. در این سیکل مورفولوژی کاربیدهای MC از حالت بلوکی ریزساختار ریختگی خارج شده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. همچنین در این سیکل کاربیدهای مرز دانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C با مورفولوژی و اندازه مناسب در مرزدانه‌ها بوجود می‌آیند.

۳- در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز γ' انتخاب شد، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، ریزساختار مناسب از نظر اندازه، مورفولوژی و کسر حجمی فاز γ' را ایجاد کرد. در این دما اندازه و کسر حجمی γ'های اولیه به ترتیب برابر ۳۰±۶۱۰ نانومتر و۲±۱۸ درصد می‌باشد که در مقایسه با حالت ریختگی اندازه آنها در حدود ۴۵٪ افزایش و کسر حجمی آنها نیز در حدود ۷٪ کاهش یافته است.

٤- با افزایش دمای انحلالی تا دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، اندازه γ'های اولیه افزایش و کسر حجمی آنها کاهش می‌یابد. با افزایش بیشتر دما تا دمای ۱۲۳۵ درجه سانتیگراد، اندازه γ'های اولیه مجدداً افزایش می یابد ولی کسر حجمی آنها در مقایسه با سایر نمونه های انحلالی افزایش و به مقدار ۲± ۲۶ درصد خواهد رسید.

مراجع

1. Reed R.C., "The selection of materials for high-temperature applications", The Superalloys Fundamentals and Applications. New York, Cambridge University Press, ch.1, sec.3, pp.14-28, (2006).
2. Doherty B.H, Piearcey B.J., “Tensile and Creep Properties of the Nickle-Base Superalloy IN100”, *ActaMettallurgica*, Vol. 239, pp.1209-15, (1967).
3. Jin W., Li T., Yin G., “Research on IN100 superalloy ingots”, *Science and Technology of Advanced Materials*, pp.1–4, (2008).
4. Jovanovic M.T., Tadic S., “Influence of High Temperature Exposure on the Microstructure and Creep Resistance of IN100 Superalloy”, *Materials characterization*, Vol. 30, pp. 3-12, (1993).
5. R.J. Mitchell, M. Preuss , S.Tinand M.C. Hardy .The influence of cooling rate from temperatures above the γ׳ solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 473, pp.158–165, (2008).
6. W.E.Voice and R.G.Faulkner. Carbide Stability in Nimonic 80A. Metal. *Trans. A*, vol. 16, pp. 511-20, (1985).
7. Safari J., Nategh S., “On the heat treatment of Rene80 nickel-base superalloy”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 176, pp. 240-50, (2006).
8. Sajjadi S.A., Zebarjad S.M., Guthrie R.I., Isac M., “Microstructure evolution of high-performance Ni-Base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.175, pp. 376-81, (2006).
9. Sajjadi S.A., Nategh S., Guthery R.I., “The Study of Microstructure and Mechanical Properties of High Performance Ni-base Superalloy GTD111”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 325,

pp.484–489, (2002).

10. Yang C., Xu Y., Nie H., Xiao X., Jia G., Shen Z., “Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Rene 80”, *Materials and Design*, Vol. 43, pp.66-73, (2013).
11. Heilmaier M., Leetz U., Reppich B., “Order strengthening in the cast nickel-based superalloy IN100 at room temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 319–321, pp. 375-378, (2001).
12. Miura N., Kondo Y., Kubushiro K., Takahashi S., “Change in microstructure at grain boundaries with creep deformation polycrystalline nickel-based superalloy IN100 at 1273 °K”, *Advanced Materials Research*, Vol. 278, pp. 132-37, (2011).
13. Kozar R.W., Suzuki A., Milligan W.W., Schirra J.J., Savage M.F., Pollock T.M., “Strengthening Mechanisms in Polycrystalline Multimodal Nickel-Base Superalloys”, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol. 40A, pp. 1588-1603, (2009).
14. SoaresAzevedo e Silva P.R., Baldan R., Nunes C.A., CarvalhoCoelhoa G., Matos da Silva Costa A., “Solution heat-treatment of Nb-modified MAR-M247 superalloy”, *Materials Characterization*, Vol. 75, pp. 214-19, (2013).
15. Metals Handbook, “Wrougth and P/M superalloys", *Properties and characteristics of Nonferrous Metals. ASM*, Vol.1, 10th ed., pp. 950-985.

۱۶. سجادی. س.ع. "تاثیر پارامترهای عملیات حرارتی روی ریزساختار و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111"، چهارمین کنگره انجمن مهندسین متالورژی ایران، دانشگاه تهران، ۱۳۷۹.

17. Rahmani Kh., Nategh S., "Low cycle fatigue mechanism of Rene 80 at high temperature-high strain", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 494, pp. 385–390, (2008).